

10/525771  
PCT/JP03/11124

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

29.08.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2002年10月21日  
Date of Application:

出願番号 特願2002-305924  
Application Number:

[ST. 10/C]: [JP2002-305924]

出願人 三井金属鉱業株式会社  
Applicant(s):

REC'D 17 OCT 2003

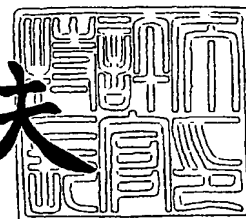
WIPO PCT

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年10月 3日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特2003-3081575

【書類名】 特許願

【整理番号】 02379

【提出日】 平成14年10月21日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 C04B 33/32

【発明の名称】 電子部品焼成用治具

【請求項の数】 9

【発明者】

【住所又は居所】 埼玉県上尾市原市 1 3 3 3 - 2 三井金属鉱業株式会社  
総合研究所内

【氏名】 星野 和友

【発明者】

【住所又は居所】 埼玉県上尾市原市 1 3 3 3 - 2 三井金属鉱業株式会社  
総合研究所内

【氏名】 梶野 仁

【発明者】

【住所又は居所】 福岡県大牟田市浅牟田町 3 - 1 三井金属鉱業株式会社  
セラミックス事業部内

【氏名】 井筒 靖久

【発明者】

【住所又は居所】 福岡県大牟田市浅牟田町 3 - 1 三井金属鉱業株式会社  
技術開発部内

【氏名】 堀内 幸士

【特許出願人】

【識別番号】 000006183

【氏名又は名称】 三井金属鉱業株式会社

【代表者】 宮村 眞平

【代理人】

【識別番号】 100086726

【弁理士】

【氏名又は名称】 森 浩之

【選任した代理人】

【識別番号】 100096231

【弁理士】

【氏名又は名称】 稲垣 清

【選任した代理人】

【識別番号】 100095326

【弁理士】

【氏名又は名称】 畑中 芳実

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 016517

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0010829

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 電子部品焼成用治具

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 基材の表面にジルコニア表面層を、前記基材の裏面に金属酸化物被覆層を形成した電子部品焼成用治具において、前記基材とジルコニア表面層間及び前記基材と金属酸化物被覆層間の少なくとも一方に中間層を形成したことを特徴とする電子部品焼成用治具。

【請求項 2】 中間層に1種類以上の金属酸化物から成る焼成助剤が添加されている請求項 1 に記載の電子部品焼成用治具。

【請求項 3】 基材の表面にジルコニア表面層を、前記基材の裏面に金属酸化物被覆層を形成した電子部品焼成用治具において、前記ジルコニア表面層及び前記金属酸化物被覆層の少なくとも一方が1種類以上の金属酸化物から成る焼結助剤を含むことを特徴とする電子部品焼成用治具。

【請求項 4】 焼結助剤が、アルミナ、希土類酸化物、遷移金属酸化物及びアルカリ土類金属酸化物から成る群から選択される 1 種類以上の酸化物又はそれらの混合物、又はこれらの複合酸化物である請求項 2 又は 3 に記載の電子部品焼成用治具。

【請求項 5】 基材の表面にジルコニア表面層を、前記基材の裏面に金属酸化物被覆層を形成した電子部品焼成用治具において、前記基材の側面に金属酸化物被覆層を形成したことを特徴とする電子部品焼成用治具。

【請求項 6】 金属酸化物被覆層の主成分が、ジルコニア、アルミナ、アルミナージルコニア、アルミナーマグネシアスピネル及びマグネシアから選択される酸化物である請求項 1 から 5 のいずれかに記載の電子部品焼成用治具。

【請求項 7】 基材の表面にジルコニア表面層を、前記基材の裏面に金属酸化物被覆層を形成した電子部品焼成用治具において、前記金属酸化物被覆層がジルコニアを含有しないことを特徴とする電子部品焼成用治具。

【請求項 8】 ジルコニア表面層及び金属酸化物被覆層の厚さが $50\sim 500\mu\text{m}$ である請求項 1 から 7 のいずれかに記載の電子部品焼成用治具。

【請求項 9】 基材が煉瓦質又は磁器質である請求項 1 から 8 までのいずれ

かに記載の電子部品焼成用治具。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

#### 【発明の属する技術分野】

本発明は、誘電体、積層コンデンサ、セラミックコンデンサ、圧電素子、サーミスタ等の電子部品を焼成する際に用いる、セッター、棚板、匣鉢等の電子部品焼成用治具に関する。

##### 【0002】

#### 【従来の技術】

電子部品焼成用治具として必要な性能は耐熱性や機械的強度の他に、焼成するセラミック電子部品と反応しないことが要求される。誘電体等の電子部品ワークが焼成用治具と接触し反応すると、融着したり、ワークの組成変動によって特性低下が生ずる等の問題点がある。

通常はこれらの電子部品焼成用治具の基材として、アルミナ系材料、アルミナ-ムライト系材料、アルミナ-マグネシア系スピネル材料、アルミナ-ムライト-コージュライト系材料、又はこれらの組合せによる材料が使用されている。

##### 【0003】

又ワークとの反応を防止するために、表面層にジルコニア（酸化ジルコニウム、 $ZrO_2$ ）を被覆する方法が採用されている。ジルコニアは基材との反応性は低いですが、基材との熱膨張係数の差が大きいため、繰り返し熱サイクルが生ずる使用環境下では治具の被覆に亀裂が生じたり剥離したりするといった問題がある。更にジルコニアは $\sim 1100^{\circ}C$ 近傍で単斜晶から正方晶への相変化が起こる。その結果、繰り返し熱サイクルによる相変態に伴う熱膨張係数の変化によりジルコニアのコーティング層が脱離したり亀裂が発生して焼成する電子部品が基材の影響を受け易くなる。

##### 【0004】

ジルコニアを基材の表面にのみ被覆した電子部品焼成用治具では、焼成時や繰り返し使用時に基材表面が基材裏面に比較して収縮が大きくなりがちで、基材が反って湾曲が生じたりすることがあった。このような問題点を解消するために基

材の表面だけでなく、基材裏面にも表面側と同じジルコニアを被覆した電子部品焼成用治具が提案されている（特許文献1、特許文献2及び特許文献3参照）。

更に剥離性等の強度の問題を解決するために、ジルコニア表面層と基材の間にアルミナから成る中間層を存在させた電子部品焼成用治具が提案されている（特許文献4参照）。

#### 【0005】

更に電子部品焼成用治具の基材表面にジルコニア層（又はジルコニア膜）を形成する方法として、塗布法、ディップコート法やスプレーコーティング法等がある。これらの方法は、比較的安価で工業用生産に適するが、形成されたジルコニア層の耐脱粒性や耐摩耗性が十分でない場合がある。特に繰り返し熱サイクルが電子部品焼成用治具に負荷される環境では、ジルコニア層が基材から剥離したり、脱粒が生じたりする場合がある。

又比較的粒子の粗い粗粒を用いてジルコニア層を形成する場合は、ジルコニア層の緻密化が起こらず、又気孔が多く形成されて基材との熱膨張差を緩和する方向に作用する。しかしジルコニア膜と基材と密着性が悪く、膜の焼結性も低下して剥離の原因となることがある。

#### 【0006】

これらの欠点を解消するために、特許文献5及び6に示すように、金属酸化物から成る部分溶融結合材（焼結助剤）をジルコニア層に添加した電子部品焼成用治具が提案されている。例えば特許文献5には、酸化アルミニウム（ $Al_2O_3$ ）を必須成分として含み、これに酸化イットリウム（ $Y_2O_3$ ）、酸化カルシウム（ $CaO$ ）、酸化マグネシウム（ $MgO$ ）及び酸化ストロンチウム（ストロンチア、 $SrO$ ）から選択される1種類以上、好ましくは2種類以上の金属酸化物を添加した部分溶融結合材を含む電子部品焼成用治具が開示されている。

この電子部品焼成用治具中の部分溶融結合材は、粗粒ジルコニア及び／又は微粒ジルコニアを結合して強度を向上させ、及び基材との密着性を向上させてジルコニア層の剥離や粉化を抑制するという効果が得られ、従って強度が十分で、経済的な製造を可能にする。

#### 【0007】

**【特許文献 1】**

特開2002-37676号公報

**【特許文献 2】**

特開2001-130084号公報

**【特許文献 3】**

特許第3139962号公報

**【特許文献 4】**

特開2002-114578号公報

**【特許文献 5】**

特開2001-213666号公報、段落0011

**【特許文献 6】**

特開2001-322875号公報

**【0 0 0 8】****【発明が解決しようとする課題】**

上述した表裏面にジルコニア層等を有する3層構造の電子部品焼成用治具では、性能向上に関する検討が不十分で、基材の反りは防止できるものの、他の性能例えば耐剥離性等に関しては十分に解明されていない。

従って本発明は、その表裏面にジルコニア層や金属酸化物被覆層を有する3層型の電子部品焼成用治具の性能をより向上させることを可能にした電子部品焼成用治具を提供することを目的とする。

**【0 0 0 9】****【課題を解決するための手段】**

本発明は、基材の表面にジルコニア表面層を、前記基材の裏面に金属酸化物被覆層を形成した電子部品焼成用治具（3層構造の電子部品焼成用治具）において、前記基材とジルコニア表面層及び前記基材と金属酸化物被覆層間の少なくとも一方に中間層を形成したことを特徴とする電子部品焼成用治具（以下第1発明という）であり、前記3層構造の電子部品焼成用治具において、ジルコニア表面層及び金属酸化物被覆層の少なくとも一方が1種類以上の金属酸化物から成る焼結助剤を含むことを特徴とする電子部品焼成用治具（以下第2発明という）であり

、前記3層構造の電子部品焼成用治具において、基材の側面に金属酸化物被覆層を形成したことを特徴とする電子部品焼成用治具（以下第3発明という）であり、更に前記3層構造の電子部品焼成用治具において、基材の側面に金属酸化物被覆層を形成したことを特徴とする電子部品焼成用治具（以下第4発明という）である。

#### 【0010】

以下本発明を詳細に説明する。

本発明は、基材の表面にジルコニア表面層を、前記基材の裏面に金属酸化物被覆層を形成した電子部品焼成用治具（以下3層構造治具という）を対象とする。

基材表面にのみジルコニア表面層を被覆した2層構造の電子部品焼成用治具では、特にその基材が薄い場合に、焼成の際の膨張と収縮により基材表面のジルコニア表面層に応力や歪みが発生して基材の反りが生じることがある。特に最近の電子部品焼成用治具は、軽量で取扱いが容易で、又省エネルギーの観点から熱容量の小さな軽量で板厚の薄い焼成用治具が要請されている。その結果、基材として板厚の薄いシート材やプレス品が望まれており、前記反りが現れ易く、反りの防止が強く要請されている。

#### 【0011】

これに対し本発明の3層構造治具では、基材表面のジルコニア表面層に加えて基材裏面に金属酸化物被覆層を形成することにより、焼成時に基材の表裏面に加わる応力や歪みを均等化して、反りを発生させないか、発生しても発生量を最小限に抑制できる。そして基材表面のジルコニア表面層と基材裏面の金属酸化物被覆層の厚さの比を調節することにより、更に効率良く反りを防止できる。

又セッターのように重ねて段組をして使用する場合には、基材裏面からの不純物蒸気が拡散して直下の基材の表面のジルコニア表面層に混入することを予防することもでき、焼成する電子部品が不純物による汚染から保護される。

ジルコニア表面層と基材及び金属酸化物被覆層と基材間に発生することのある応力や歪みをバランスさせるためには、例えばジルコニア表面層の膜厚が $200\mu\text{m}$ であれば金属酸化物被覆層の膜厚もそれに近い膜厚、例えば $100\sim 200\mu\text{m}$ とすることが望ましい。但しジルコニア表面層と金属酸化物被覆層の緻密度、気孔率



、焼結性、熱膨張特性の相違等を考慮する必要がある、例えば金属酸化物被覆層に焼結助剤を添加して焼結性を高め、又金属酸化物被覆層を緻密質にすることにより、ジルコニア表面層に比較して膜厚を薄くして応力や歪みをバランスすることができる。

本発明において、熱サイクルに対する耐久性、耐剥離性、耐ぼろつき性等の観点から、ジルコニア表面層及び金属酸化物被覆層の膜厚は $50\mu\text{m}$ 以上で $500\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $400\mu\text{m}$ 以下であり、中間層を形成する場合にもジルコニア表面層と中間層の厚さの合計がこれらの値になるようにすることが好ましい。

#### 【0012】

本発明に係る電子部品焼成用治具の基材の材質は、従来と同様で良く、例えばアルミナ系材料、アルミナ-ムライト系材料、アルミナ-マグネシア系スピネル材料、アルミナ-ムライト-コーージェライト系材料、又はこれらの組合せによる材料が使用される。

基材裏面に形成される金属酸化物被覆層の材質としては、その主成分が、ジルコニア、アルミナ、アルミナ-ジルコニア、アルミナ-マグネシアスピネル又はマグネシアである金属酸化物を使用できる。該金属酸化物の好ましい粒径は $0.1\sim 100\mu\text{m}$ であり、表面層と同様に焼結を促進するために焼結助剤として金属酸化物を適宜添加できる。添加量は通常 $0.5\sim 25$ 重量%である。なお、ここで主成分とは $50$ 重量%超で $100$ 重量%以下の含有量の成分をいう。

#### 【0013】

本願の第1発明では、この3層構造治具の基材とジルコニア表面層の間及び／又は基材と金属酸化物被覆層の間に、中間層を形成する。

この中間層は基材とジルコニア表面層又は金属酸化物被覆層との密着性を向上させ熱サイクルに対する耐性が改善されるとともに、該ジルコニア表面層及び金属酸化物被覆層とともに基材を補強し、3層構造治具に生じる可能性のある反りの出現を更に抑制する。

この中間層の材質は特に限定されないが、アルミナ単独層やジルコニア-カルシウム-アルミナ-イトリア中間層あるいはアルミナ-カルシウム-マグネシアを含む中間層が使用される。

## 【0014】

この中間層上に形成されるジルコニア表面層を構成する物質はジルコニア-カルシア-アルミナ-イットリアの複合酸化物、又はイットリア等により安定化されたジルコニアであることが望ましい。表面層であるジルコニア表面層は、電子部品と直接接触するため、該電子部品に悪影響を与えるものであってはならず、従ってイットリア、カルシア及びマグネシア等により部分安定化又は安定化させたジルコニア又はジルコニアを含む複合酸化物を使用することが望ましい。使用可能なジルコニア粒子には、 $Y_2O_3$ やCaOで安定化又は部分安定化したジルコニア、及び未安定化ジルコニアが含まれる。

ジルコニアは温度上昇により相変態が起こるが、ジルコニアにイットリアやマグネシア等の部分溶融結合材（安定化剤）を固溶させることにより、高温相である正方晶や立方晶を室温下で「安定化」できる。

## 【0015】

前記ジルコニア表面層、中間層及び金属酸化物被覆層は、スプレーコート法、ディップコート法、流し込み法、塗布熱分解法等を使用して行える。本発明の複数層構造は、全体を一度で焼成しても、個々に焼成しても良いが、一度に焼成して基材に掛かる応力や歪みを表裏面でバランスさせることが望ましい。

例えば基材表面にアルミナ中間層をスプレーコートし、乾燥後に、前記中間層上にジルコニア表面層をスプレーコートし、乾燥後に裏面層である金属酸化物被覆層をスプレーコートし、乾燥後に、これらの複数層を同時に焼成できる。電子部品焼成用治具の焼成温度は、実際に電子部品を焼成する温度より高い温度で焼成して焼成用治具の材料が使用時に劣化しないようにすることが望ましい。通常の電子部品の焼成温度は1200～1400℃であるので、ジルコニア層焼成温度は1300～1600℃程度とすることが好ましい。

## 【0016】

本願の前記第2発明では、前記ジルコニア表面層及び前記金属酸化物被覆層の少なくとも一方に1種類以上の金属酸化物から成る焼結助剤を添加する。又前記中間層に焼結助剤を添加しても良い。

焼結助剤としては、アルミナ、 $Y_2O_3$ 等の希土類酸化物、 $ZrO_2$ 等の遷移金

属酸化物及びMgO等のアルカリ土類金属酸化物から選択される1又は2以上であり、これらの金属酸化物の複合酸化物であっても良い。焼結助剤の添加量は、ジルコニア表面層、金属酸化物被覆層及び中間層のそれぞれに対し0.1～25重量%であることが好ましい。添加量が少ないと焼結に対する効果が少なくなり、多すぎると、場合によっては焼結助剤が液相を形成して電子部品と反応したり、剥離の原因になったりすることがある。例えばジルコニア表面層として#100メッシュのジルコニア骨材と平均粒径1～3 $\mu$ mのジルコニア微粒子を用い、焼結助剤としてAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>、La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、MgO等を添加できる。

#### 【0017】

本願の第3発明では、基材の表裏面に加えて基材の側面にもジルコニア層や他の金属酸化物被覆層を形成する。前述した通り、基材中の不純物蒸気が電子部品の焼成中に電子部品に混入して電子部品を汚染することがあるが、基材の表裏面に加えて側面も被覆することにより、ほぼ完全に基材からの不純物の混入が防止できる。

更に本願の第4発明では、3層構造治具の裏面側の金属酸化物被覆層がジルコニアを含有しないようにする、つまり表面側のジルコニア表面層と異なった材料で裏面側の金属酸化物被覆層を形成する。裏面側は電子部品と直接接触しないため、電子部品との反応性が低いことは要求されず、ジルコニア以外の材料で構成することが可能になる。これにより電子部品との反応性を考慮せずに、コスト面や基材との密着性を考慮して材料を決定することが可能になる。

#### 【0018】

##### 【発明の実施の形態】

図1は、本発明の電子部品焼成用治具の一実施形態を示す縦断面である。

図示の通り、電子部品焼成用治具10では、基材11表面に焼結助剤を含有するアルミナ等から成る中間層12が形成され、更にこの中間層12上に焼結助剤を含有するジルコニアから成るジルコニア表面層13が形成されている。前記基材11の裏面側には焼結助剤を含有するジルコニアやアルミナーマグネシアスピネル等から成る金属酸化物被覆層14が形成されている。

この電子部品焼成用治具10は、基材11の表裏面に形成されたジルコニア表面層

13及び金属酸化物被覆層14が基材表裏面に生じることのある応力や歪みがバランスさせて反りの発生を防止し、更に焼結助剤を有する中間層12が基材11とジルコニア表面層13間の密着強度が向上しているため、バランスが取れた高強度の電子部品焼成用治具が提供できる。

#### 【0019】

図2は、本発明の電子部品焼成用治具の他の実施形態を示す縦断面である。

本実施形態の電子部品焼成用治具20では、基材21の表面にジルコニア表面層22が形成されるとともに、基材21の裏面と側面に金属酸化物被覆層23が被覆されている。

この電子部品焼成用治具20では、基材21の全ての面がジルコニア表面層22及び金属酸化物被覆層23で被覆されているため、焼成時に前記基材21中の不純物が飛散して電子部品中に混入することがなくなり、高純度の焼成済み電子部品が得られる。ジルコニア表面層22及び金属酸化物被覆層23に焼結助剤を添加すると、焼結性や強度の向上に寄与できる。

#### 【0020】

図3は、本発明の電子部品焼成用治具の更に他の実施形態を示す縦断面である。

本実施形態の電子部品焼成用治具30は、上面が開口する箱型の匣鉢であり、基材31の表裏面に中間層32が形成され、表面側の中間層32表面にはジルコニア表面層33が、又裏面側の中間層32の下面には金属酸化物被覆層34が被覆されている。

この電子部品焼成用治具30では、基材31の表裏面に中間層32を介してジルコニア表面層33及び金属酸化物被覆層34が被覆されているため、表裏面の密着性を含む強度がバランスした電子部品焼成用治具が得られる。ジルコニア表面層33、金属酸化物被覆層34及び中間層32に焼結助剤を添加すると、焼結性や強度のより以上の向上に寄与できる。

#### 【0021】

本発明の電子部品焼成用治具の製造に関する実施例を記載するが、該実施例は本発明を限定するものではない。

#### 【0022】

### 実施例 1

基材として、シリカ成分が約10重量%までのアルミナライト基材（150mm×150mm×板厚 3 mm）を使用した。

ジルコニア表面層用材料として、#100メッシュのイットリア安定化ジルコニアを70重量%、平均粒径 3  $\mu$  mの未安定化ジルコニアを25重量%及び焼結助剤としてアルミナ（2 重量%）、イットリア（1 重量%）及びカルシア（2 重量%）を合計で5 重量%添加した混合物を準備した。

この混合物をボールミルで均一に混合し、水とバインダーであるポリビニルアルコールを加えてスラリーとした。このスラリーを前記基材表面にスプレーコートし、100℃で乾燥した。次いで基材裏面に、ジルコニア表面層の被覆に使用したものと同一のスラリーをスプレーコートした後、100℃で乾燥した。

#### 【 0 0 2 3 】

このようにして得られた被覆を有する基材を1500℃で2 時間保持し、電子部品焼成用治具を作製した。焼成後のジルコニア表面層の膜厚は約250  $\mu$  m、裏面の金属酸化物被覆層の膜厚は約250  $\mu$  mであった。

得られた電子部品焼成用治具の反り[図 4 に示した“a”（基材の対角線の交点）]を測定したところ、実質的に反りは発生していなかった。又耐剥離性を調べるため、前記電子部品焼成用治具を3 時間掛けて500℃から1300℃に急熱し、次いで3 時間掛けて1300℃から500℃に急冷する熱サイクルを50回繰り返したが、ジルコニア表面層及び金属酸化物被覆層に亀裂及び剥離は観察されなかった。又熱サイクル後にも反りは見られなかった。これらの結果を表 1 に示した。

#### 【 0 0 2 4 】

### 実施例 2

平均粒径が約30  $\mu$  mのアルミナ97重量%、焼結助剤として平均粒径が約 1  $\mu$  mのカルシアを3 重量%秤量し、ボールミルで均一に混合し、水とバインダーであるポリビニルアルコールを加えてスラリーとした。このスラリーを実施例 1 と同じ前記基材表面にスプレーコートし、100℃で乾燥して中間層を形成した。次いでこの中間層表面に、実施例 1 と同じジルコニア表面層を、更に基材裏面に実施例 1 と同じ金属酸化物被覆層を、それぞれ実施例 1 と同じ条件で形成した。

焼成後に得られたジルコニア表面層、金属酸化物被覆層及び中間層の膜厚はそれぞれ、約 $150\mu\text{m}$ 、約 $200\mu\text{m}$ 及び約 $100\mu\text{m}$ であった。

実施例 1 と同様にして得られた電子部品焼成用治具を評価したところ、反りの発生はなく、又熱サイクル後の反り、亀裂及び剥離も見られなかった。これらの結果を表 1 に示した。

#### 【0025】

##### 実施例 3

ジルコニア表面層の焼結助剤として、アルミナ（2重量%）、イットリア（1重量%）及びマグネシア（2重量%）を合計で 5 重量%用い、裏面側の金属酸化物被覆層として平均粒径 $30\mu\text{m}$ のアルミナ粒子を用いたこと以外は、実施例 1 と同様にして電子部品焼成用治具を作製した。

焼成後に得られたジルコニア表面層及び金属酸化物被覆層の膜厚はそれぞれ、約 $200\mu\text{m}$ 及び約 $70\mu\text{m}$ であった。

実施例 1 と同様にして得られた電子部品焼成用治具を評価したところ、反りの発生はなく、又熱サイクル後の反り、亀裂及び剥離も見られなかった。これらの結果を表 1 に示した。

#### 【0026】

##### 実施例 4

裏面の金属酸化物被覆層として平均粒径約 $30\mu\text{m}$ のアルミナ・マグネシアスピネル粒子を用いたこと以外は、実施例 3 と同様にして電子部品焼成用治具を作製した。

焼成後に得られたジルコニア表面層及び金属酸化物被覆層の膜厚はそれぞれ、約 $200\mu\text{m}$ 及び約 $100\mu\text{m}$ であった。

実施例 1 と同様にして得られた電子部品焼成用治具を評価したところ、反りの発生はなく、又熱サイクル後の反り、亀裂及び剥離も見られなかった。これらの結果を表 1 に示した。

#### 【0027】

##### 実施例 5

基材と金属酸化物被覆層の間にも、基材とジルコニア表面層間に形成した中間

層と同一の中間層を同一条件で形成したこと以外は実施例 2 と同じ電子部品焼成用治具を作製した。ジルコニア表面層及び金属酸化物被覆層の膜厚は共に $150\mu\text{m}$ 、両中間層の膜厚は共に $100\mu\text{m}$ であった。

実施例 1 と同様にして得られた電子部品焼成用治具を評価したところ、反りの発生はなく、又熱サイクル後の反り、亀裂及び剥離も見られなかった。これらの結果を表 1 に示した。

#### 【 0 0 2 8 】

##### 比較例 1

ジルコニア表面層として、# 100メッシュのイットリア安定化ジルコニアを75重量%、平均粒径が $3\mu\text{m}$ の未安定化ジルコニアを25重量%用いた。焼結助剤を用いず、更に裏面側の金属酸化物被覆層を形成しなかったこと以外は、実施例 1 と同様にして電子部品焼成用治具を作製した。ジルコニア表面層の膜厚は $250\mu\text{m}$ であった。

実施例 1 と同様にして得られた電子部品焼成用治具を評価したところ、焼成後に約 $1\text{mm}$ の反りが発生し、又32回の熱サイクルで膜が剥離した。これらの結果を表 1 に示した。

#### 【 0 0 2 9 】

##### 比較例 2

裏面側の金属酸化物被覆層を形成しなかったこと以外は、実施例 2 と同様にして電子部品焼成用治具を作製した。ジルコニア表面層の膜厚は $500\mu\text{m}$ であった。

。

実施例 1 と同様にして得られた電子部品焼成用治具を評価したところ、焼成後に約 $1.5\text{mm}$ の反りが発生し、又10回の熱サイクルで膜に亀裂が発生した。これらの結果を表 1 に示した。

#### 【 0 0 3 0 】

【表 1】

	ジルコニア表面層 (wt%, メッシュ又は平均粒径)	表面層の 焼結助剤 (wt%)	表面層 の膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	7 $\mu\text{m}$ 中 間層 (wt%, 平均粒 径)	中間層 の焼結 助剤 (wt%)	表面層 側中間 層の膜 厚 ( $\mu\text{m}$ )	裏面層 (平均 粒径)	裏面層 の膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	焼成後 の基材 の反り	50回の 熱サイクル 後の基 材の反り等
実施 例 1	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 安定化 (70% #100 メッシュ) 未安定化 (25%、 3 $\mu\text{m}$ )	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (2) Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1) CaO (2)	250	なし			表面層 と同一	250	なし	反り、 剝離、 亀裂なし
実施 例 2	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 安定化 (70% #100 メッシュ) 未安定化 (25%、 3 $\mu\text{m}$ )	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (2) Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1) CaO (2)	150	97% 30 $\mu\text{m}$	CaO 3%	100	表面層 と同一	200	なし	反り、 剝離、 亀裂なし
実施 例 3	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 安定化 (70% #100 メッシュ) 未安定化 (25%、 3 $\mu\text{m}$ )	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (2) Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1) MgO (2)	200	なし			アルミ ナ 30 $\mu\text{m}$	70	なし	反り、 剝離、 亀裂なし
実施 例 4	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 安定化 (70% #100 メッシュ) 未安定化 (25%、 3 $\mu\text{m}$ )	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (2) Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1) MgO (2)	200	なし			アルミ・ マグネ シウム 30 $\mu\text{m}$	100	なし	反り、 剝離、 亀裂なし
実施 例 5	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 安定化 (70% #100 メッシュ) 未安定化 (25%、 3 $\mu\text{m}$ )	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (2) Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1) CaO (2)	150	97% 30 $\mu\text{m}$	CaO 3%	100	表面層 と同一	150	なし	反り、 剝離、 亀裂なし
比較 例 1	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 安定化 (75% #100 メッシュ) 未安定化 (25%、 3 $\mu\text{m}$ )	なし	250	なし			なし		約1 mmの 反り	32回で 剝離
比較 例 2	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 安定化 (70% #100 メッシュ) 未安定化 (25%、 3 $\mu\text{m}$ )	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (2) Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1) CaO (2)	500	97% 30 $\mu\text{m}$	CaO 3%	250	なし		約1.5 mmの 反り	10回で 亀裂が 発生

(\*) 実施例5では基材と裏面層間に、表面層と基材間に形成したものと同一中間層を形成した。

【0031】

#### 【発明の効果】

本発明の電子部品焼成用治具は、表面にジルコニア表面層を、裏面に金属酸化物被覆層を形成した基材とジルコニア表面層の間、及び前記基材と金属酸化物被覆層間の少なくとも一方に中間層を形成したことを特徴とする電子部品焼成用治具（請求項1）である。

この発明では、基材の表裏面に形成されたジルコニア表面層及び金属酸化物被覆層により、基材表裏面に生じることのある応力や歪みがバランスされて実質的に反りの発生が防止され、更に焼結助剤を有する中間層が該中間層構成粒子間の



密着性と、前記基材とジルコニア表面層間の密着強度を向上させているため、バランスが取れた高強度の電子部品焼成用治具が提供できる。

#### 【0032】

又本発明は、基材の表裏面にそれぞれ形成されたジルコニア表面層及び金属酸化物被覆層の少なくとも一方が焼結助剤を含むことを特徴とする電子部品焼成用治具（請求項3）である。

この発明では基材表裏面に被覆が形成されて、反り等の発生が防止されるとともに、両層の一方又は両者に含有される焼結助剤が焼結性や密着性等の特性を改善する。

#### 【0033】

又、本発明は、基材の表面にジルコニア表面層を、前記基材の裏面に金属酸化物被覆層を形成し、更に前記基材の側面に金属酸化物被覆層を形成したことを特徴とする電子部品焼成用治具（請求項5）である。

電子部品焼成用治具では、基材中の不純物蒸気が電子部品の焼成中に電子部品に混入して電子部品を汚染することがあるが、請求項5記載の発明のように、基材の表裏面に加えて側面も被覆することにより、ほぼ完全に基材からの不純物の飛散及びこれに起因する電子部品への不純物の混入が防止できる。

#### 【0034】

又本発明では、前記基材の裏面に被覆される金属酸化物被覆層が、表面に形成されるジルコニア表面層と異なった材料で構成されていても良い（請求項7）。

これにより電子部品との反応性を考慮せずに、コスト面や基材との密着性の密着を考慮して金属酸化物被覆層の材料を決定することが可能になる。

#### 【図面の簡単な説明】

##### 【図1】

本発明の電子部品焼成用治具の一実施形態を示す縦断面図。

##### 【図2】

本発明の電子部品焼成用治具の他の実施形態を示す縦断面図。

##### 【図3】

本発明の電子部品焼成用治具の更に他の実施形態を示す縦断面図。

## 【図 4】

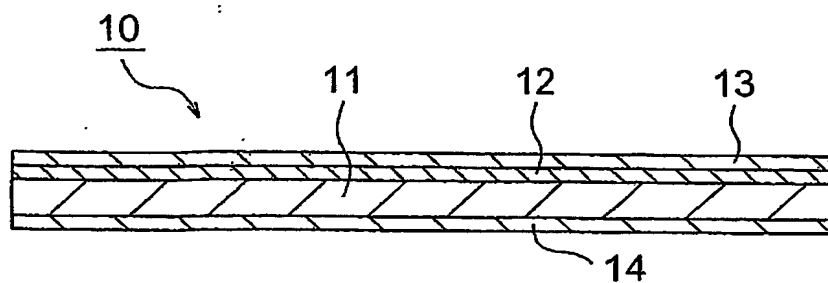
実施例における反りを定義する図。

## 【符号の説明】

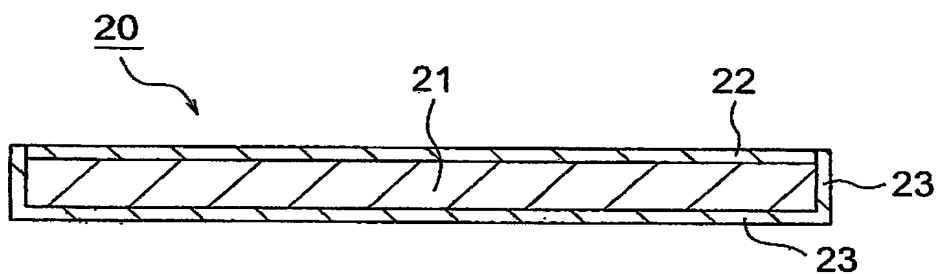
- 10、20、30 電子部品焼成用治具
- 11、21、31 基材
- 13、22、33 ジルコニア表面層
- 14、23、34 金属酸化物被覆層
- 12、32 中間層

【書類名】 図面

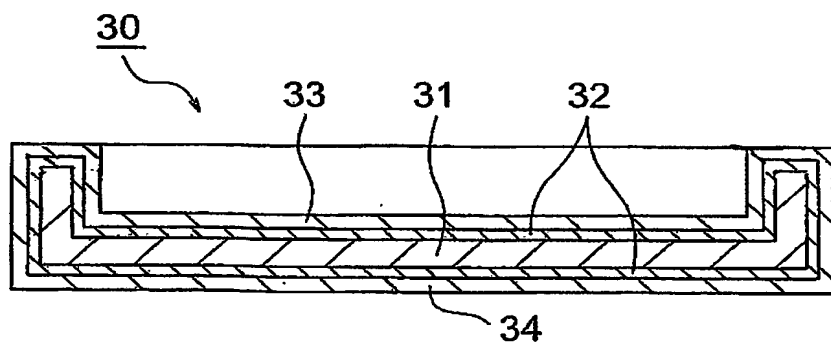
【図 1】



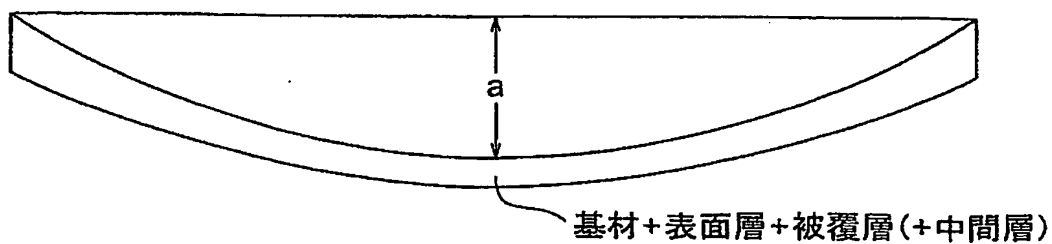
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 従来よりも、優れた焼結性や密着性を有するだけでなく、焼成時や熱サイクル後の反りの発生が少ないか、実質的に反りが発生しない電子部品焼成用治具を提供する。

【解決手段】 基材11の表面に中間層12を介してジルコニア表面層13を、その裏面に金属酸化物被覆層14を形成した電子部品焼成用治具10。中間層と裏面側の金属酸化物被覆層の存在により全体的なバランスが取れて反りが生じにくくなるとともに、基材とジルコニア表面層間の密着性が向上して強度が改善される。

【選択図】 図1

特願2002-305924

出願人履歴情報

識別番号

[000006183]

1. 変更年月日

1999年 1月12日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都品川区大崎1丁目11番1号

氏 名

三井金属鉱業株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**